Standar Nasional Indonesia

SNI 15-2173-1991

ICS

Cara uji analisa kimia gelas soda kapur silikat

Dewan Standardisasi Nasional - DSN

CARA UJI ANALISA KIMIA GELAS SODA-KAPUR-SILIKA

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, cara uji dan pelaporan hasil uji untuk gelas soda-kapur-silika.

2. DEFINISI

2.1. Gelas adalah suatu hasil peleburan bahan anorganik yang telah mendingin menjadi kaku tanpa mengkristal.

2.2. Gelas soda-kapur-silika adalah gelas yang dalam pembuatannya menggunakan bahan komposisi utama yang terdiri dari soda, kapur dan kuarsa.

3. CARA UJI

3.1. Peralatan

Tabel I
Peralatan yang Diperlukan Dalam Penentuan Berbagai Unsur Kimia

Nama Alat	Penentuan												
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	ZrO_2	CaO	MgO	BaO	K_2O	Na_2O	SO_3	As_2O_3	B_2O_3
Neraca analitis	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	+	+
Tang capit	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	+	+
Pembakar bunsen dan meckar	+	+	–	–	–	–	–	+	+	+	–	–	+
Gelas piala 100 ml	–	–	–	–	–	–	–	+	–	–	–	–	–
Gelas piala 300 ml	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	–	+
Cawan penguap porselen 300 ml	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Krus platina	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	+	+
Kawat platina	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	+	+
Corong gelas	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	–	+
Batang pengaduk gelas	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	+	+
Kertas saring	+	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+	–	–
Labu ukur 100 ml	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–	+	–	–
Labu ukur 250 ml	–	+	+	+	+	+	+	–	+	+	–	–	–
Erlenmeyer 250/300 /500 ml	–	+	–	–	+	+	+	–	–	–	–	–	+

Nama Alat	Penentuan												
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	ZrO_2	CaO	MgO	BaO	K_2O	Na_2O	SO_3	As_2O_3	B_2O_3
Buret schelbach	—	+	—	—	+	+	+	—	—	—	—	—	+
Buret mikro	—	—	+	+	—	—	—	—	—	—	—	+	—
Pipet isi 25 ml	—	+	—	—	+	+	+	+	—	—	—	—	+
Pipet isi 50 ml	—	—	—	—	—	+	+	—		—	—	—	—
Penangas air	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	+	+	—
Penagas pasir	+	—	—	—	—	—	—	—	+	+	+	+	—
Spektrofotometer	—	—	+	+	—	—	—	—	—	—	—	+	—
Fotometer nyala	—	—	—	—	—	—	—	—	+	+	—	—	—
Cawan porslen	—	—	—	—	—	—	—	+	—	—	—	—	—
Piala plastik 100 ml	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

3.2. Pereaksi

Tabel II
Pereaksi yang Dipakai Dalam Penentuan Berbagai untuk Kmia

Nama Alat	Penentuan												
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	ZrO_2	CaO	MgO	BaO	K_2O	Na_2O	SO_3	As_2O_3	B_2O_3
Nattrium karbohidrat	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	+
Asam klorida 37%	+	—	—	—	—	+	+	+	+	+	+	+	+
Asam sulfat pekat	+	—	—	—	—	—	—	+	+	+	+	+	—
Asam fluorida 40%	+	—	—	—	—	—	—	+	+	+	+	+	—
Titriplek III	—	+	—	—	+	+	+	—	—	—	—	—	—
Seng sulfat	—	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Jingga xylenol (xylenol orange)	—	+	—	—	+	—	—	—	—	—	—	—	—
Besi III sulfat	—	—	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
O-Fenantrolin	—	—	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Asam tartrat	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Asam askorbat	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Natrium asetat	—	+	+	+	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Nama Alat	Penentuan												
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2	ZrO_2	CaO	MgO	BaO	K_2O	Na_2O	SO_3	As_2O_3	B_2O_3
Hidroksil amonium klorida	–	–	+	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Kalium titanil oksalat	–	–	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Asam tioglikolat	–	–	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Perraksi tiron	–	–	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Jingga metil (metil orange)	–	–	–	–	+	–	–	–	–	–	–	–	–
Amonium hidroksida pekat	–	–	–	–	+	+	+	+	–	–	–	–	–
Asam nitrat pekat	–	–	–	–	+	–	–	–	–	–	+	+	–
Eriokrom hitam T	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Amonium klorida	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Magnesium sulfat	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Natrium hidroksida	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Trietanol amin pekat	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Penunjuk hydroxy naptol blue	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Natrium sulfat	–	–	–	–	–	+	+	–	–	–	–	–	–
Asam klorat pekat	–	–	–	–	–	–	–	+	–	–	+	–	–
Asam borat	–	–	–	–	–	–	–	+	–	–	+	–	–
Amonium sulfat	–	–	–	–	–	–	–	+	–	–	–	–	–
Magnesium nitrat	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–
Barium klorida	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Kalium permanganat	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Fenolftalin	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Hidrazin sulfat	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Amonium molibdat	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Arsen trioksida	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+	–
Manitol	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	–	+

3.3. **Penyiapan contoh**

Contoh digerus dalam mortar agar sampai tembus ayakan dengan diameter lubang 0,06 mm. Kemudian dikeringkan dalam oven pengering selama 2 jam pada suhu 105 ± 5°C. Didinginkan dalam eksikator yang berisi silika gel. Contoh ini digunakan untuk penetapan SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, TiO_2, ZrO_2, CaO, MgO, K_2O, Na_2O, SO_3, As_2O_3, dan B_2O_3.

3.4. **Penetapan SiO_2**

3.4.1. Penyiapan larutan pereaksi

- Larutan HCl 6 N : 100 ml asam klorida 37% diencerkan dengan 100 ml air suling.
- Larutan H_2SO_4 (1 + 1) : 50 ml asam sulfat pekat dituangkan pelan-pelan kedalam sebuah gelas piala yang berisi 50 ml air suling, aduk sama rata sambil didinginkan dengan air ledeng.
- Asam fluorida 40%.
- Larutan HE (1 + 9) : 10 ml asam fluorida pekat (40%) diencerkan dengan 90 ml air dalam sebuah piala plastik.
- Larutan asam berat 4% : 20 gr kristal H_3BO_3 dilarutkan dalam 100 ml air.
- Larutan asam tartrat 10% : 10 gr asam tartrat dilarutkan dalam 100 ml air.
- Larutan asam askorbat 5% : 5 gr asam askorbat dilarutkan dalam 100 ml air.

3.4.2. Prosedur

- Timbang 1 gr contoh dalam cawan plåtina dan tambah 2 gr Na_2CO_3.
- Aduk sampai homogen dengan kawat platina.
- Panaskan mula-mula dengan api kecil, kemudian lebur di atas nyala pembakar Mecker sampai diperoleh leburan yang bening dan homogen.
- Masukkan kedalam gelas piala 250 ml dan tambahkan 25 ml larutan HCl 6 N sampai semua leburan terlepas.
- Panaskan diatas nyala kecil sampai leburan larut sempurna.
- Keluarkan cawan platina dengan tutupnya, bilasi dengan air suling lalu larutan dipindahkan ke dalam cawan penguap porslen 300 ml, uapkan di atas penangas air sampai kering.
- Panaskan sisa kering di bawah lampu sinar infra merah sampai menjadi putih.
- Dinginkan, tambah 5 ml larutan HCl 6 N dan 20 ml air suling panas.
- Saring dengan menggunakan kertas saring bebas abu (Watman No. 40) dan saringan (filtrat) ditampung dalam gelas piala 250 ml.
- Cuci dengan air suling panas beberapa kali sampai saringannya bebas klorida.
- Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam cawan platina yang telah diketahui bobotnya dan tetesi dengan 1–2 tetes larutan H_2SO_4 (1+1), keringkan dan panaskan pelan-pelan hingga kertas saringan terbakar ha-

bis kemudian pijarkan di atas pembakar Mecker pada 1100 ± 5°C selama 30 menit.

- Dinginkan cawan dalam eksikator sampai suhu kamar dan timbang.
- Basahi abu silikat itu dengan 6 tetes H_2SO_4 (1+1) 10 ml asam flourida 40%, uapkan sampai kering diatas penangas pasir dan pijarkan sampai 1100 ± 5°C selama 5 menit, dinginkan dalam eksikator sampai suhu kamar dan timbang.
- Bila sisa padatan dalam cawan platina lebih dari 0,01% maka bagian ini dilebur dengan 0,5 gr $K_2S_2O_7$, larutkan dalam air panas, kemudian larutan disatukan dengan saringan pertama dan encerkan sampai 250 ml dalam sebuah labu ukur.

- Pipet 10 ml larutan tersebut ke dalam piala plastik 100 ml. Tambah 2 ml larutan HF (1 + 9) dan biarkan larutan selama 10 menit.
- Tambahkan 50 ml larutan asam borat 4%, campurkan baik-baik dan biarkan 10 menit.
- Tambahkan 5 ml larutan asam tartrat 10% kemudian 2 ml larutan asam askorbat 5%, campurkan sama rata.
- Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda batas dan kocok serba sama.
- Setelah 30 menit, ukur serapan (absorbance) larutan dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 650 nm. Bandingkan dengan kurva baku yang di buat dengan cara yang sama.
- Perhitungan

$$\text{Kadar } SiO_2 = \frac{(W_1 - W_2) + 2{,}5\ a}{W} \times 100\%$$

Dimana : W_1 = berat cawan platina + SiO_2 kotor
W_2 = berat cawan platina + sisa padatan setelah dipanaskan dengan HF.
W = berat contoh dalam mg.
a = hasil pengukuran SiO_2 sisa (dalam ppm).

3.5. Penetapan Al_2O_3

3.5.1. Penyiapan larutan pereaksi

- Larutan EDTA 0,02 M : 7,444 gr EDTA dilarutkan dalam air suling dan diencerkan sampai 1 liter.
- Larutan natrium asetat 2 M : 272, 16 gr CH_3COONa. $3H_2O$ dilarutkan dalam air suling dan diencerkan sampai 1 lt.
- Larutan seng sulfat 0,02 M : 5,7506 gr $ZnSO_4$. $7H_2O$ dilarutkan dalam air suling dan diencerkan sampai 1 liter.
- Penunjuk xylenol orange triturasi : 0,25 gr X O ditambah 25 gr NaCl digerus sampai halus dan disimpan dalam botol berwarna coklat.

3.5.2. Prosedur

- Pipet 25 ml larutan persediaan dari (3.4.2) ke dalam erlenmeyer 300 ml.

— Tambahkan (dengan pipet) 25 ml larutan EDTA 0,02 M.

— Kocok dengan magnet pengocok, tambahkan (pelan-pelan) larutan natrium asetat 2 M, untuk menaikan PH menjadi 3,2–3,5.

— Keluarkan batang magnet pengocok, bilasi dengan air suling.

— Panaskan larutan sampai mendidih pelan-pelan selama 5 menit.

— Dinginkan pada suhu kamar (lebih baik direndam dalam air dingin).

— Letakkan erlenmeyer di atas plat pengocok magnetik yang sudah dialasi dengan kertas putih (untuk mempermudah pengamatan perubahan warna pada titik akhir tritasi).

— Masukkan batang magnet pengocok, kocok larutan dan tambah 30 gr penunjuk XO triturasi.

— Atur PH sampai 5,3 dengan penambahan larutan natrium asetat 2 M.

— Titar dengan larutan seng sulfat 2 M sampai warna berubah dari kuning ke merah terang.

— Lakukan juga pengerjaan blangko.

— Perhitungan :

$$\text{Kadar } Al_2O_3 = \frac{10 \times (b - a) \times 1{,}0196 \times 100}{W} - [(\%\ Fe_2O_3 + \%\ TiO_2) \times 0{,}637 + \%\ ZrO_2 \times 0{,}413)]\ \%$$

Dimana : W = Berat contoh dalam mgr.
a = Banyak larutan $ZnSO_4$ 0,02 M yang diperlukan untuk titrasi contoh.
b = Banyak larutan $ZnSO_4$ untuk titrasi blangko.

3.6. Penetapan Fe_2O_3

3.6.1. Penyiapan larutan pereaksi

— Larutan baku Fe_2O_3 100 ppm : 0,6039 gr besi (II) sulfat dilarutkan dalam air suling, tambah 5 ml H_2SO_4 dan encerkan sampai 1 liter.

— Larutan o-Fenantrolin 0,25% : Larutkan 0,25 gr o-Fenantrolin dalam 100 ml air suling.

— Larutan natrium asetat 2 M : (lihat 3.5.1.).

— Larutan natrium asetat 0,2 M : larutan 27,216 gr $CH_3COONa.\ 3H_2O$ dalam air suling dan encerkan sampai 1 liter.

— Larutan hidroksil amonium klorida 10% dalam air: larutan 10 gr hidroksil amonium klorida dalam 100 ml air suling.

3.6.2. Prosedur

— Pipet 25 ml larutan contoh dari (3.4.2.) ke dalam labu ukur 100 ml.

— Ke dalam beberapa labu ukur yang lain dimasukkan (dengan buret mikro) larutan beku Fe_2O_3 100 ppm berturut-turut 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 dan 6,0 ml.

- Kemudian masing-masing ditambahi 5 ml larutan hidroksil amonium klorisa 10% dengan menggunakan pipet.
- Atur PH nya antara 3–6 dengan penambahan larutan natrium asetat 2 M dan 0,02 M.
- Lalu masing-masing ditambah 5 ml larutan o-Fenantrolin 0,25%
- Encerkan sampai tanda batas, kocok sampai homogen dan biarkan paling sedikit 15 menit.
- Amati serapan (absorbansinya) pada panjang gelombang antara 490–520 nm.
- Buat kurva kalibrasi S versus ppm dari deret standar itu harga ppm dari deret standar setelah reaksi masing-masing 0,0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 dan 6,0 ppm.
- Harga ppm dari larutan contoh dialurkan (diplot) dari kurva tersebut.
- Perhitungan:

$$\text{Kadar } Fe_2O_3 = \frac{D \times Cx}{1000 \times W} \times 100\%$$

Dimana : D = Faktor pengenceran
Cx = Konsentrasi Fe_2O_3 dalam larutan contoh dalam ppm.
W = Berat contoh dalam mgr.

3.7. Penetapan TiO_2

3.7.1. Penyiapan larutan pereaksi

- Larutan baku TiO_2 1000 ppm : 4,4125 gr kalium titanil oksalat $K_2Ti(C_2O_4)_2 . H_2O$ dimasukkan kedalam labu kjeldahl, tambahkan 8 gr amonium sulfat dan 100 ml asam sulfat pekat. Didihkan 10 menit, dinginkan dan tuangkan ke dalam 750 ml air suling sambil digoyang-goyangkan di bawah aliran air kran, encerkan sampai 1 liter dalam sebuah labu ukur.
- Larutan baku TiO_2 100 ppm : 10 ml larutan baku TiO_2 1000 ppm diencerkan hingga 100 ml.
- Asam tioglikolat 20% : 10 gr asam tioglikolat dilarutkan dalam 50 ml air suling.
- Larutan pereaksi tiron 5% : 5gr dinatrium-1, 2-dihidroksi benzena-3, 5-disulfonat dilarutkan dalam 100 ml air suling.
- Larutan natrium asetat 2 M (lihat 3.5.1.).

3.7.2. Prosedur

- Pipet 25 ml larutan contoh yang mengandung tidak lebih 0,3 mgr TiO_2 ke dalam labu ukur 100 ml.
- Ke dalam beberapa labu ukur 100 ml dimaksudkan (dengan buret mikro), larutan baku TiO_2 100 ppm berturut-turut 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 dan 6,0 ml.
- Kemudian masing-masing ditambah (sambil dicampur) 4 ml larutan asam tioglikolat 20% dan larutan pereaksi tiron.
- Atur PHnya sampai kira-kira 4,5 dengan penambahan larutan buffer natrium asetat 2 M.

– Encerkan sampai tanda batas dan kocok sampai homogen, biarkan larutan selama 45 menit.

– Amati serapannya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 380 nm.

– Buat kurva kalibrasi S versus ppm dari deret standar itu, harga ppm dari deret standar setelah reaksi masing-masing adalah 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 dan 6,0 ppm.

– Harga ppm dari larutan contoh dialurkan dari kurva tersebut.

– Perhitungan :

$$\text{Kadar } TiO_2 = \frac{D \times Cx}{1000 \times W} \times 100\%$$

Dimana : D = Faktor pengenceran.
Cx = Konsentrasi TiO_2 larutan contoh dalam ppm.
W = Berat contoh dalam mgr.

3.8. Penetapan ZrO_2

3.8.1. Penyiapan larutan pereaksi

– Larutan EDTA 0,01 M : 3,722 gr dinatrium dihidrogen etilen diamin tetra asetat (EDTA, titriplek III) dilarutkan dalam air suling, encerkan sampai 1 liter dan disimpan dalam botol plastik polythen.

– Larutan penunjuk metil orange 0,5% : 0,5 gr MO dilarutkan dalam 100 ml air suling.

– Larutan penunjuk Xylenol orange 0,5% : 0,5 gr XO dilarutkan dalam 100 ml air suling ditambah 1–2 tetes asam klorida pekat.

– Larutan NH_4OH (1+1) : 100 ml amonia pekat diencerkan dengan 100 ml air suling.

– Larutan HNO_3 (1+1) : 100 ml HNO_3 pekat diencerkan dengan 100 ml air suling.

3.8.2. Prosedur

– Pipet 25 ml larutan contoh ke dalam gelas piala 300 ml.

– Tambah metyl orange dan netralkan dengan MH_4OH (1+1) sampai warna kuning.

– Tambah 10 ml larutan NHO_3 (1+1) dan larutkan sampai 100 ml panaskan sampai mendidih.

– Tambah 3 tetes larutan penunjuk xylenol orange 0,5%, titar dengan larutan EDTA 0,01 M sampai warna berubah dari merah ke kuning.

– Perhitungan : $\text{Kadar } ZrO_2 = \frac{250}{25} \times \frac{a \times 0{,}0012322 \times f}{W} \times 100\%$

Dimana : a = ml larutan EDTA yang diperlukan dalam titrasi.

$$f = \frac{\text{Molaritas nyata EDTA}}{0{,}01}$$

W = Berat contoh dalam gr.

3.9. Penetapan CaO dan MgO

3.9.1. Penyiapan larutan pereaksi

- Larutan EDTA 0,01 M : (lihat 3.8.1.).
- Larutan penunjuk eriokrom hitam (EBT) : 500 mgr EBT dan 4,5 hidroksil amonium klorida dilarutkan dalam 1000 ml alkohol 96%.
- Larutan dapar PH 10 : larutan 65 gr amonium klorida dalam 25 ml air suling dan tambah 570 ml amonium hidro klorida 25%. 0,6160 gr $MgSO_4 . 7H_2O$ dan 0,9305 gr EDTA dilarutkan dalam 100 ml air. Kemudian campurkan dengan larutan di atas dan encerkan sampai 1 liter.
- Larutan NaOH 20% : 20 gr NaOH padat dilarutkan 100 ml air suling.
- Larutan trietanol amino 30% : 30 ml triatanol amina diencerkan dengan air suling sampai 100 ml.
- Larutan hidroksilamine hydroklorida 10% : 10 gr hydroksilamine hydroklorida dilarutkan dalam 100 ml air suling
- Penunjuk hydroxy naptol blue : 0,1 gr hudroxy naptol blue digerus dengan 100 gr NaCL.
- Kristal Na_2SO_4.

3.9.2. Prosedur

3.9.2.1. Penetapan CaO

- Pipet 25 ml larutan persediaan ke dalam erlenmeyer 250 ml.
- Encerkan sampai kira-kira 75 ml.
- Letakan diatas pengocok magnet (yang dibawahnya dialasi kertas putih untuk mempermudah pengamatan titik akhir titrasi).
- Jika larutan mengandung barium tambahkan 0,5 gr Na_2SO_4.
- Tambahkan 10 ml larutan trietanol amina (30%).
- Tambah 1 ml larutan hydroksilamine hydroklorida 10%.
- Tambah 4 ml larutan NaOH 20%.
- Tambah 0,1–0,2 gr campuran padat penunjuk hydroxy naptol blue.
- Titar dengan larutan EDTA 0,01 M hingga warna berubah dari merah ke biru murni.
- Perhitungan :

1 ml EDTA = 0,5608 mgr CaO

$$\text{Kadar CaO} = \frac{10 \times a \times 0{,}5608}{W} \times 100\%$$

Dimana : a = Ml EDTA yang diperlukan dalam titrasi.

W = Berat contoh.

3.9.2.2. Penetapan MgO

- Pipet 25 ml larutan persediaan kedalam erlenmeyer 250 ml.
- Encerkan sampai kira-kira 75 ml.
- Letakan di atas plat pengocok magnet.
- Tambah 10 ml larutan trietanol amina 30%, 1 ml larutan hydroksilamine hydroklorida 10%, 4 ml larutan dapar PH 10 dan 2 tetes EBT.
- Titar dengan larutan EDTA 0,01 hingga warna berubah dari merah ke biru murni.
- Perhitungan :

1 ml EDT. 0,01 M = 0,4032 mgr MgO

$$\text{Kadar MgO} = \frac{10 \times (b - a) \times 0{,}403\%}{W} \times 100\%$$

Dimana : a = ml larutan EDTA yang diperlukan dalam titrasi CaO.
b = ml larutan EDTA yang diperlukan dalam titrasi gabungan CaO dan MgO.
W = Berat contoh.

3.10. **Penetapan BaO**

3.10.1. Penyiapan larutan pereaksi

- Larutan H_3BO_3 jenuh : Ke dalam 100 ml air suling ditambahkan kristal asam borat sedikit-demi sedikit sambil diaduk sampai terbentuk larutan jenuh.
- Larutan HCl 6 N : (lihat 3.4.1.).
- Larutan H_2SO_4 (1+1) : (lihat 3.4.1.).
- Larutan amonium sulfat 10% : 10 gr $(NH_4)_2\ SO_4$ dilarutkan dalam 100 ml air suling.
- Asam perklorat pekat.
- Amonia pekat.
- Asam fluorida pekat (40%).
- Na_2CO_2 kering.
- Larutan Na_2CO_3 0,5% : 0,5 gr Na_2CO_3 dilarutkan dalam 100 ml air suling.
- Larutan HCl 5% : 13,5 asam klorida pekat diencerkan dengan air suling sampai 100 ml.

3.10.2. Prosedur

- Timbang 2 gr contoh ke dalam cawan plastik 75 ml.
- Basahi dengan 5 ml air suling dan tambah 10–12 ml larutan HF 40% dan 15 ml $HClO_4$ sambil diaduk dengan kawat platina dan panaskan sampai fluorida mulai bereaksi kemudian tutup dengan penutup platina.
- Setelah bereaksi, dinginkan cawan, bilasi tutup dan dinding cawan, aduk dan uapkan sampai keluar asap $HCLO_4$.

– Dinginkan dan tambah 5 ml larutan H_3BO_3 jenuh.
– Uapkan sampai hampir kering kemudian dinginkan.
– Tambah 25 ml air suling dan 1 ml larutan HCl (1+1).
– Larutkan sampai semua garam larut dan pindahkan ke dalam gelas piala 250 ml.
– Larutkan sampai 150 ml dan panaskan sampai mendidih.
– Tambah 2 ml larutan H_2SO_4 (1+1) sambil dipanaskan sampai mendidih selama 1 jam.
– Dinginkan dan diamkan selama 2 jam.
– Saring melalui kertas saring buret diameter 7cm ke dalam gelas piala.
– Gosok dinding piala dimana pengendapan dilakukan dengan bantuan sedikit pulp kertas saring.
– Cuci 4–5 kali dengan air dingin yang mengandung beberapa tetes asam sulfat pekat.
– Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam cawan platina.
– Abukan dan pijarkan sampai 800°C lebih kurang 30 menit.
– Dinginkan dan tambah 0,5–1,0 gr Na_2CO_3, aduk baik-baik dengan kawat platina.
– Lebur dengan pemanasan sedang 5–10 menit.
– Dinginkan, tambah 10–15 ml air suling panas dan panaskan sampai leburan terlarut sempurna.

3.11. Penetapan K_2O dan Na_2O

3.11.1. Penyiapan larutan pereaksi

– Asam fluorida pekat (40%).
– Larutan H_2SO_4 10% : 25 ml asam sulfat padat diameter dengan air suling sampai 250 ml.
– Larutan HCl 6 N : (lihat 3.4.1.).

3.11.2. Prosedur

– Timbang 0,3 gr contoh ke dalam cawan platina.
– Tambah 5 ml larutan H_2SO_4 10% dan 10 ml asam fluorida pekat (40%).
– Uapkan diruang asam sampai kering.
– Masukkan ke dalam gelas piala dan larutkan dengan HCl 6 N sambil dipanaskan diatas nyala api kecil sampai contoh larut dan terlepas dari cawan platina.
– Keluarkan cawan platina dan saring dengan kertas saring biasa, filtratnya ditampung dengan labu ukur 250 ml.
– Cuci beberapa kali dengan air panas.
– Tepatkan labu sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.
– Periksa deret larutan baku K_2O atau Na_2O dengan fotometer nyala kemudian catat intensitas emisinya (I).
– Kemudian periksa larutan contoh dengan cara yang sama.

- Buatlah kurva dari K_2O atau Na_2O (I vs ppm) lalu ppm dari larutan contoh dialurkan dari kurva tersebut.

- Perhitungan :

  $$\text{Kadar } K_2O = \frac{250}{1000} \times \frac{cx}{W} \times 100\%$$

  $$\text{Kadar } Na_2O = \frac{250}{1000} \times \frac{cx}{W} \times 100\%.$$

  Dimana : cx = konsentrasi larutan contoh dalam ppm
  W = Berat contoh dalam mgr.

- Saring ke dalam gelas piala 100 ml melalui sebuah kertas saring medium diameter 7 cm.
- Cuci 4–5 kali dengan larutan Na_2CO_3 0,5% yang dingin.
- Tutuplah corong dan letakan gelas piala di bawahnya.
- Larutkan endapan karbonat dengan 30 ml larutan HCl–5% yang panas.
- Keluarkan cawan platina dan tutupnya dan bilasi dengan air suling.
- Saring melalui kertas saring dan cuci 4–5 kali dengan larutan HCl 5% yang panas.
- Buang kertas saring, netralkan saringan (menggunakan merah metil sebagai penunjuk) dengan amonia pekat dan asamkan kembali dengan 1 ml larutan HCl (1+1).
- Encerkan sampai 100 ml kemudian panaskan sampai kampir mendidih.
- Tambahkan tetes demi tetes sambil diaduk 5 ml larutan $(NH_4)_2SO_4$ 10% atau 1 ml larutan H_2SO_4 (1+1).
- Panaskan sampai hampir mendidih selama 30 menit dinginkan selama 2 jam.
- Saring melalui sebuah kertas saring buret diameter 7 cm.
- Gosok dinding piala gelas dengan sedikit pulp kertas saring.
- Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam sebuah cawan porslen yang bobotnya diketahui.
- Abukan hati-hati dan pijarkan pada 800–1000°C selama 30 menit.
- Dinginkan dalam eksikator dan timbang sebagai $BaSO_4$.
- Perhitungan :

  $$\text{Kadar BaO} = \frac{W_1 \times 0{,}657}{W} \times 100\%.$$

  Dimana : W_1 = Berat $BaSO_4$
  W = Berat contoh.

3.12. Penetapan SO_3

3.12.1. Penyiapan bahan pereaksi

- Asam nitrat pekat.
- Asam perklorat pekat.
- Asam fluorida pekat (40%).
- Kristal Mg $(NO_3)_2$.
- Kristal asam borat.
- Larutan HCl 6 N : (lihat 3.4.1.).
- Larutan $BaCl_2$.10% : 10 gr $BaCl_2$ dilarutkan dalam 100 ml air suling.

3.12.2. Prosedur

- Timbang 3 gr contoh ke dalam cawan platina.
- Bilas dengan 1 ml air suling, tambah 1 ml asam nitrat pekat, 10 ml asam perklorat pekat, 25 ml asam fluorida pekat dan 0,2 gr Mg $(NO_3)_2$ kemudian aduk dengan kawat platina.
- Panaskan dan larutkan di atas penangas pasir dan uapkan sampai keluar asap $HClO_4$.
- Dinginkan, tambah 10 ml asam fluorida pekat dan aduk dengan kawat platina.
- Panaskan dalam penangas pasir dan uapkan sampai keluar asap $HClO_4$ lebih kurang 5 menit.
- Dinginkan dan bilas bagian dalam dari cawan platina, panaskan dan uapkan lagi sampai keluar asap $HClO_4$.
- Dinginkan dan tambah 0,5 gr H_3BO_3.
- Bilas dengan air suling dan panaskan sampai terbentuk larutan kental.
- Dinginkan kemudian tambah larutan HCl 6 N dan 50 ml air suling hangat..
- Panaskan dengan penangas air sampai contoh terlarut.
- Pindahkan ke dalam gelas piala 300 ml kemudian larutkan sampai lebih kurang 200 ml dengan air suling panas.
- Panaskan sampai mendidih kemudian tambah 10 ml larutan $BaCl_2$ 10% panas dan aduk dengan batang pengaduk gelas.
- Pemanasan boleh dilanjutkan selama 10 menit.
- Endapkan larutan di atas penangas air selama 1 jam kemudian pengendapan dilanjutkan dalam suhu kamar selama 3 jam.
- Saring dengan kertas saring buret dan cuci dengan air panas.
- Pindahkan kertas saring dan endapan ke dalam cawan porslen.
- Abukan dan kemudian pijarkan pada temperatur 700–800°C selama 30 menit.
- Perhitungan : $\text{Kadar } SO_3 = \dfrac{W_1 \times 0{,}3430}{W} \times 100\%$

Dimana : W_1 = Berat $BaSO_4$.
W = Berat contoh.

3.13. Penetapan As_2O_3

3.13.1. Penyiapan larutan pereaksi

- Larutan H_2SO_4 (1+1) : (lihat 3.4.1.).
- Larutan HCl 6 N : (lihat 3.4.1.).
- Larutan $KMnO_4$ 1% : 1 gr $KMnO_4$ dilarutkan dalam 100 ml air suling.
- Larutan hidrazin sulfat 0,15% : 0,15 gr hidrazin sulfat dilarutkan dalam 100 ml air suling.
- Asam nitrat pekat.
- Larutan H_2SO_4 (1+50) : 2 ml asam sulfat pekat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml yang didalamnya berisi air suling kemudian diencerkan sampai tanda batas.
- Larutan HCl (1+1) : (lihat 3.4.1.).
- Larutan penunjuk fenolftalein : 1 gr fenolftalein dilarutkan dalam 100 ml alkohol 60%.
- Larutan NaOH 5% : 5 gr NaOH dilarutkan dalam 100 ml air suling.
- Larutan amonium molibdat 1% : 1 gr amonium molibdat dilarutkan dalam 100 ml larutan asam sulfat (1+1).
- Larutan baku As_2O_3 1000 ppm : Larutkan 1,000 gram As_2O_3 dalam 50 ml larutan NaOH 1 M asamkan dengan larutan HCl encer dan encerkan sampai 1 liter dalam sebuah labu ukur.
- Larutan baku As_2O_3 10 ppm : 10 ml larutan baku As_2O_3 1000 ppm diencerkan dengan air suling sampai 1 liter.

3.12.2. Prosedur

- Timbang 0,5 gr contoh ke dalam cawan platina 75 ml.
- Basahi dengan 1 ml air suling, tambah 1 ml asam nitrat pekat, 2 ml larutan H_2SO_4 (1+1), 0,3 ml larutan $KMnO_4$ 1% dan 5 ml asam fluorida pekat.
- Aduk dengan kawat platina hingga homogen.
- Panaskan di atas penangas pasir dan uapkan sampai keluar asap putih dari SO_3.
- Dinginkan dan tambah lagi 5 ml asam fluorida pekat, aduk dengan kawat platina dan panaskan lagi selama 5 menit.
- Dinginkan, basahi dinding dalam dari cawan dengan air suling dan panaskan lagi sampai keluar asap SO_3. Kemudian uapkan sampai menjadi larutan kental (seperti sirop).
- Dinginkan, tambah 5 ml larutan HCl (1+1) dan 50 ml air suling panas. Panaskan di atas penangas air sampai larut.
- Dinginkan kemudian pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml lalu tepatkan isinya sampai tanda batas kemudian kocok sampai homogen.

– Pipet 20 ml larutan yang mengandung tidak lebih dari 50 μ kemudian masukan ke dalam labu ukur 100 ml.

– Ke dalam 6 buah labu ukur 100 ml yang lain dipipet berturut-turut 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 dan 5 ml larutan baku As_2O_3 10 ppm.

– Tambahkan ke dalam masing-masing labu ukur itu 1 tetes larutan penunjuk fenolftalein dan larutan NaOH 5% sampai warna merah kemudian tambah larutan H_2SO_4 (1+50) sampai tidak berwarna kemudian tambah larutan amonium molibdat dan larutan hidrazin sulfat 0,15%.

– Panaskan di atas penangas air mendidih selama 10 menit lalu dinginkan.

– Encerkan isinya sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

– Ukur serapan larutan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 840 nm.

– Buat kurva kalibrasi larutan baku (S vs ppm atau ppb) kemudian konsentrasi larutan contoh dialurkan dari kurva tersebut.

– Perhitungan :

$$\text{Kadar } As_2O_3 = \frac{d \times cx}{W} \times 100\%$$

Dimana : d = Paktor pengenceran
cx = Konsentrasi As_2O_3 larutan contoh dalam ppm.
W = Berat contoh.

3.14. Penetapan B_2O_3

3.14.1. Penyiapan larutan pereaksi

– Na_2CO_3 kering.

– Larutan HCl 6 N : (lihat 3.4.1.).

– Larutan HCl 1 N : 8,5 ml asam klorida pekat diencerkan sampai 1 liter dengan air suling bebas CO_2.

– Larutan NaOH 50% : 100 gr NaOH dilarutkan sedikit-demi sedikit dalam 100 ml air suling, sambil didinginkan dengan air ledeng. Simpan larutan ini dalam botol plastik dan biarkan selama 2–3 hari dalam keadaan tertutup hingga karbonat mengendap.

– Larutan NaOH 6 N : 32 ml larutan NaOH 50% diencerkan sampai 100 ml dengan air suling bebas CO_2 dan B_2O_3.

– Larutan NaOH 1 N : 26,3 ml larutan NaOH 50% diencerkan sampai 500 ml air suling bebas CO_2, disimpan dalam botol plastik tertutup.

– Larutan standar NaOH 0,1 N : 100 ml larutan NaOH 1 N diencerkan sampai 1 liter dengan air suling bebas CO_2, disimpan didalam botol plastik tertutup. Larutan ini distandardisasi dengan asa, oksalat sebagai baku dan fenolftalein sebagai indikator.

– Larutan standar NaOH 0,05 N : 50 ml larutan NaOH 1 N Diencerkan sampai 1 liter dengan air suling bebas CO_2, disimpan dalam botol plastik tertutup.

– Kristal manitol.

3.14.2. Prosedur

– Timbang 1 gr contoh dan masukkan kedalam sebuah cawan platina yang berisi 3 gram Na_2CO_3 aduk sama rata dengan sebuah kawat platina.

– Panaskan perlahan-lahan diatas nyala pembakar macker kemudian nyala dibesarkan sampai isi cawan melebur.

– Putar cawan platina sedemikian sehingga larutan membeku pada sekeliling dinding cawan sebagai lapisan tipis.

– Dinginkan sampai suhu kamar, masukan kedalam sebuah gelas piala 250 ml, tambahkan 15 ml larutan HCl 6 N kedalam leburan, tutup dengan kaca arloji dan biarkan pada suhu kamar hingga semua leburan terlarut.

– Keluarkan dan bilasi cawan platina beserta tutupnya. Apabila ada leburan yang masih lengket pada tutup cawan dengan sebuah policeman.

– Encerkan larutan sampai dengan 80 ml, atur PH nya antara 5,0–5,5 dengan penambahan larutan NaOH 6 N atau larutan NaOH 1 N larutan HCl 0,1 N dengan menggunakan sebuah PH meter atau penunjuk bromokresolpurple (warna kehijau-hijauan menunjukkan daerah PH tersebut).

– Panaskan diatas plat pemanas atau penangas uap pada suhu 65–95°C selama 20–30 menit.

– Jaga agar daerah PH selama pemanasan tetap antara 5,0–5,5 dengan penambahan HCl 0,1 N bila diperlukan.

– Alirkan udara yang bebas CO_2 untuk mengusir CO_2 dan menghindarkan peletupan.

– Saring larutan melalui kertas saring kasar diameter 11 cm, bila perlu gunakan penyedot.

– Tampung saringan dalam sebuah gelas piala 300 ml.

– Saring gel melalui kertas saring nomor 41 dan cuci beberapa kali dengan air panas, sampai isi saringan seluruhnya 200–250 ml, yang ditampung dalam erlenmeyer 500 ml.

– Dinginkan larutan sampai suhu kamar. Atur PH nya (gunakan sebuah PH meter) dengan penambahan larutan HCl 0,1 N dan larutan NaOH 0,05 N dari sebuah Buret.

– Ketika PH 5,4 yang stabil diperoleh, catat pembacaan buret.

– Tambahkan 40 gram manitol kedalam larutan dan titar dengan larutan NaOH 0,05 N sampai dicapai PH 6,8.

– Volume larutan NaOH yang diperlukan antara PH 5,4 dan 6,8 memberikan jumlah B_2O_3 yang terkandung dalam contoh.

– Perhitungan :

$$\text{Kadar } B_2O_3 = \frac{(0{,}03482 \times V \times N)}{W} \times 100\%$$

Dimana : V = ml larutan standar NaOH yang diperlukan untuk titrasi antara PH 5,4 dan 6,8.
N = Normalitas larutan standar NaOH.
W = Berat contoh.

4. **Pelaporan hasil uji**

Hasil uji dilaporkan dalam bentuk tabel yang memuat kadar (%) masing-masing oksida penyusun gelas dan jumlah % keseluruhannya (total analysis) , serta keterangan-keterangan lain yang diperlukan.

Tabel Pelaporan Hasil Uji

Na kode / Oksida (%)	....	....
– Silika, SiO_2	....	....
– Aluminium, Al_2O_3	....	....
– Besi (III) oksida, Fe_2O_3	....	....
– Titanin, TiO_2	....	....
– Zirkonia, ZrO_2	....	....
– Kalsium oksida, CaO	....	....
– Magnesia, MgO	....	....
– Barium oksida, BaO	....	....
– Kalium oksida, K_2O	....	....
– Natrium oksida, Na_2O	....	....
– Belerang trioksida, SO_3	....	....
– Arsen trioksida, As_2O_3	....	....
– Boron trioksida, B_2O_3	....	....
– Jumlah	....	....

Lampiran :

DIAGRAM URUTAN PENGERJAAN PENGUJIAN

Contoh